# This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Problem Image Mailbox.



<sup>(19)</sup> RU <sup>(11)</sup> 2 087 496 <sup>(13)</sup> C1

(51) MNK6 C 08 L 27/06, 51/06

## РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

#### (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

- (21), (22) Заявка: 94013204/04, 14.04.1994
- (46) Дата публикации: 20.08.1997
- (56) Ссылки: 1. Авторское свидетельство СССР N 1509375, кл. С 08 L 27/06, 1989. 2. Авторское свидетельство СССР N 1578154, кл. С 08 L 27/06, 1990. 3. Авторское свидетельство СССР N 1073260, кл. С 08 L 27/06, 1984. 4. Авторское свидетельство СССР N 1420006, кл. С 08 L 27/06, 1988.
- (71) Заявитель: Государственный научно-исследовательский институт химии и технологии полимеров им.акад.В.А.Каргина с опытным заводом (RU)
- (72) Изобретатель: Потепалова Светлана Николаевна[RU], Савельев Анатолий Павлович[RU], Заводчикова Наталия Никифоровна[RU], Еремина Ирина Михайловна[RU], Богдан Любомир Петрович[UA], Нусьо Юрий Иванович[UA]
- (73) Патентообладатель: Государственный научно-исследовательский институт химии и технологии полимеров им.акад.В.А.Каргина с опытным заводом (RU)

9

G

4

8

0

#### (54) ПОЛИМЕРНАЯ КОМПОЗИЦИЯ

(57) Реферат: Изобретение относится полимерной композиции на модифицированного полимера винилхлорида (ВХ) применяемой, например, изготовления профильно-погонажных изделий, листов, пленок и т.д. Для полимерной твердости **увеличения** композиции и сохранения ее после старения

полимерная композиция содержит, мас.ч.: 100 модифицированного полимера BX с содержанием в нем 1-9 мас.% сополимера этилен-винилацетат (ВА), включающего 20-65 мас.% ВА, 2-6 термостабилизатора и 0,1-3 смазки. Твердость полимерной композиции до старения 79-82 усл. ед., после старения 78-81 усл. ед. 1 табл.

ス

က **1** 

(19) RU (11) 2 087 496 (13) C1 (51) Int. Cl.<sup>6</sup> C 08 L 27/06, 51/06

### RUSSIAN AGENCY FOR PATENTS AND TRADEMARKS

#### (12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: 94013204/04, 14.04.1994

(46) Date of publication: 20.08.1997

- (71) Applicant: Gosudarstvennyj nauchno-issledovateľskij institut khimii i tekhnologii polimerov im.akad.V.A.Kargina s opytnym zavodom (RU)
- Inventor: Potepalova Svetlana Nikolaevna[RU], Savel'ev Anatolij Pavlovich[RU], Zavodchikova (72) Inventor: Natalija Nikiforovna[RU], Eremina Irina Mikhajlovna[RU], Bogdan Ljubomir Petrovich[UA], Nus'o Jurij Ivanovich[UA]
- (73) Proprietor: Gosudarstvennyj nauchno-issledovateľskij institut khimii i tekhnologii polimerov im.akad.V.A.Kargina s opytnym zavodom (RU)

#### (54) POLYMERIC COMPOSITION

(57) Abstract:

FIELD. chemistry of polymers, particularly manufacture of shaped products and sheets, films, SUBSTANCE: polymeric composition comprises (wt parts): 100 modified vinyl chloride polymer containing 1-9 wt% ethylene-vinyl acetate copolymer comprising 20-65 wt% vinyl acetate, 2-6 thermostabilizer and 0.1-3 lubricant. Hardness of polymeric composition prior to ageing ranges from 79 to 82 conventional units and, after ageing, 78-81 conventional units. EFFECT: improved properties. 1 tbl

တ 4  $\infty$ 0

ဖ

Озобретение относится к составу поснове модифицированного полимера винихлорида (ВХ), включающего сополимер этилена и винилацетата (ЭВА), применяемой для изготовления профильно-погонажных изделий методом экструзии, для изделий, получаемых методами питья под давлением и формированием и формования, для получения листов и пленок каландрованием и прессованием, с повышенной твердостью, эксплуатируемых в атмосферных условиях известно, что из полимерной композиции

Известно, что из полимерной композиции (1) содержащей в своем составе суспензионный поливинилхлорид (ПВХ), стабилизатор, смазку и модификатор сополимер бутадиена с акрилонитрилом, получают листы с твердостью до 70 условных единиц (усп. ед.) (Под твердостью пластических масс подразумевают их способность сопротивляться (внедрению других тел)

других телі;

Из полимерной композиции (2), включающей в свой состав, мас.ч. 80-20 суспензионного ПВХ, 20-80 модификатора акрилового ряда, стабилизатор и наполнитель, получают полые изделия и листы с твердостью до 75 усл. ед.

Известна полимерная композиция для получения листов, профилей, труб и др. (3). Композиция содержит, мас.ч. 100 суспензионного или блочного ПВХ, 1,5-2 оловоорганического стабилизатора и 0,1-2 камфоры синтетической.

Известна также полимерная композиция для получения профилей, листов, плиток, труб и т д (4) Композиция содержит, мас.ч. 100 суспензионного ПВХ, 2-6 термостабилизатора, 30-60 карбоната кальция. 0.3-2 смазки и 0,5-10 оксида цинка или диоксида кремния.

Для получения труб, профилей и т.д. применяется полимерная композиция. Она содержит по п.1 формулы изобретения, мас.ч. 20-80 суспензионного ПВХ с размером частиц 0,8-9 мкм и удельной поверхностью 2-10  $^2$ /г, 1-4.5 термостабилизатора и 0,1-2 смазки. Твердость полимерных композиций составляет 70-72 усл. ед.

После эксплуатации полимерных композиций в условиях искусственного старания, например в течение 1500 ч (по ГОСТ 9 708-83 метод 2), твердость составила 59-60 усл ед

близкой Наиболее по технической сущности и достигаемому эффекту предлагаемой является полимерная композиция. Полимерная композиция применяется для получения профилей, труб, литьевых изделий и т.д. Она содержит, мас.ч. 100 полимера ВХ с размером частиц в микродисперсии 0,1-0,9 мкм и удельной поверхностью 4,5-5 термостабилизатора и 0,1-2 смазки. Твердость полимерной композиции до и после старения по ГОСТ 9.708-83 метод 2 составляет соответственно 73-75 и 62-66 усл. ед. (см. таблицу пример 19).

Техническим результатом предлагаемого изобретения является увеличение твердости полимерной композиции и сохранение ее после старения.

Для этого полимерная композиция,

включающая полимер ВХ, термостабилизатор и смазку в качестве полимера ВХ содержит модифицированный полимер ВХ с содержанием в нем 1-9 мас. сополимера ЭВА, включающего 20-65 мас. ВА, при следующем соотношении компонентов, мас.ч.

Модифицированный полимер ВХ 100 Термостабилизатор 2-6 Смазка 0.1-3

Указанный модифицированный полимер ВХ получен следующим образом. В реактор объемом 0.2 см<sup>3</sup>, снабженный импеллерной мешалкой и волнорезами, загружают 100 л содержащей фазы. метилоксипропилцеллюлозы, 5г гидроокиси кальция и 400 3200 г ЭВА, содержащего 20 65% мас. ВА. Реактор вакуумируют 20 мин до остаточного давления 40 мм рт. ст. Затем в реактор загружают 160 г инициатора, 40 кг ВХ, регулятор молекулярной массы ВХ. Реакционную массу подогревают до режимной температуры 53 60°C и процесс синтеза проводят до начала падения давления, что соответствует конверсии ВХ -80 90% Длительность процесса составляет 6 ч. Получают модифицированный ПВХ с константой Фикентчера (Кф) 54 68 насыпной плотностью (н. п.) 0,58 0,68 г/см<sup>3</sup>. Содержание ЭВА в ПВХ 1 9% мас. содержание ВА в ЭВА 20 65% мас. Массовую долю хлора и содержание ВХ определяют по ГОСТ 25303

В составе полимерных композиций указанный модифицированный полимер ВХ ранее не использовался

В качестве термостабилизатора полимерная композиция содержит, например, смеси стеарата бария (СТВа ТУ 6 09 281 76), стеарата кадмия (СТСа ТУ 6 - 09 7 76) и двухосного фосфита свинца (ДОФС, стандарт Германии N 15 90), трехосновного сульфата свинца (ТОСС, ТУ 6 09 4098 75), двухосновного стеарата свинца (ДОСС, ТУ 6 09 3928 75) и ДОФС, ТОСС и ДОСС, стеарата кальция (СТСа ТУ 6 14 722 76), стеарата цинка (СТСл ТУ 6 09 17 262 88) и ДОФС, СТСа и СТСл, СТВа и ДОСС, СТВа и ТОСС, ТОСС, СТСа и ДОФС и др. В качестве смазок: стеарин ГОСТ 6484 64, неполный эфир дизтиленгликоля и синтетической жирный кислоты С17 С20 (НЭ, ТУ 88 УССР 19204 84), полизтиленовый воск ПВ 200 ТУ 6 08 1516 77, парафин ГОСТ 23683 79 или их смеси.

Сопоставительный анализ предлагаемого технического решения с прототипом позволяет сделать вывод, что заявляемая полимерная композиция отличается от известной использованием в качестве полимера модифицированного полимера эВА, содержащего 20 65% мас. ВА и полученного описанным выше способом. Это позволяет авторам сделать вывод о новизне заявляемой полимерной композиции.

Анализ других известных полимерных композиций показал, что признак, отличающий заявляемое техническое решение, не выявлен и в этих изобретениях и этот признак проявляет свойства, отличные от свойства известных технических решений и превышающие их. Это позволяет, по мнению авторов, предположить, что предлагаемое техническое решение соответствует критерию

U 2087496 C

.

9 ത

"изобретательский уровень". Твердость предлагаемых полимерных композиций до старения составляет 79 82 усл. ед. после старения она практически не изменилась (см. таблицу примеры 1 18).

Сущность изобретения иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1, 100 мас. ч. модифицированного полимера ВХ ЭВА, содержащего 1% мас. ЭВА, 20% мас. ВА (Кф 54, н. п. 0,58 г/см<sup>3</sup>), 0,5 мас. ч. СтВа, 0,5 мас. ч. СтСd, 1 мас. ч. ДОФС и 0,1 мас. ч. стеарана загружают в разогретый смеситель, перемешивают в течение 20 25 мин при температуре 110 ± 5°C. Композицию вальцуют при 170°C в течение 7 мин в пленку, которую прессуют в листы толщиной 4 ± 0,1 мм при температуре 175°С и давлении 150-200 кг/см<sup>2</sup> в течение 7-5 мин. Из пластин готовят образцы для испытаний на твердость по ГОСТ 24621-81 (Шор Д); старение образцов проводят по ГОСТ 9708-83 (метод 2). Показания твердости

определяют по условной шкале. Примеры 2 18 по пр 18 по предлагаемому изобретению.

Пример 19 для сравнения.

свойства композиций приведены в таблице. Способ приготовления композиций и методы их испытаний аналогичны приведенным примере 1.

Из приведенных в таблице данных видно, что использование в составе предлагаемой полимерной композиции модифицированного полимера ВХ, содержащего 1-9 мас. ВА;увеличивает твердость образцов до 79-82 усл. ед. и сохраняет эти значения (78-81 усл. ед.) после старения полимерной композиции.

#### Формула изобретения:

Полимерная композиция, включающая полимер винилхлорида, термостабилизатор и смазку, отличающаяся тем, что в качестве полимера винилхлорида она суспензионной полимеризации винилхлорида под действием радикального инициатора в присутствии сополимера этилена с винилацетатом, содержащего 20 65 мас. звеньев винилацетата, с получением модифицированного поливинилхлорида. содержащего 1 9 мас. сополимера этилена с винилацетатом, при следующем соотношении

компонентов, мас. ч. Полимер винипхлорида 100 Термостабилизатор 2 6 Смазка 0,1 3,0и

ø တ œ

0

C

**5**5

. 25

30

40

45

50

60

	Cogress Montperson 1999		Спойства усыпозуний		
Nº	Составы композиций, мас.ч.		Свойства композиций		
n/n			твердость до старения	твердость после старения (1500 ч)	
	Предлаг	аемые			
1.	Модифицированный полимер				
·	(3BA 1%	100			
	BA 20%			. !	
1	Кф 54				
Ì	Н.П. 0,58 г/см <sup>3</sup> )		-	1	
	СтВа	0,5	82	80	
1	СтCd	0,5		ļ i	
	дофС	1,0			
	Стеарин	0,1			
2.	Модифицированный полимер				
	(3BA 4,8%	100			
1	BA 32%				
-	Кф 60				
ļ	Н.П. 0,62 г/см <sup>3</sup> )		81	80	
- 1	СтВа	0,5			
	СтCd	1,5			
- 1	ДОФС	2,0	1		
	Стеарин	0,5			
3.	Модифицированный полимер	100		•	
٠ ۱	(3BA 9%			1	
	BA 65%		80	79	
	Кф 68				
1	Н.П. 0,68 г/см <sup>3</sup> )				
l	СтВа	2			
	C₁Cd	2			
	ДОФС	2			
		1			
.	Стеарин	ı	Į		
4.	Модифицированный полимер (ЭВА 1%	100			
	,	100			
	BA 20%			İ	
	Кф 54		82	80	
	Н.П. 0,58r/cм³)	1,0	02	00	
	TOCC		1		
	досс	0,5			
	ДОФС	0,5 0,05	Į		
	ПВ-200				
_	НЭ	0,05		\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\	
5.	Модифицированный полимер	100			
	(ЭВА 6%	100			
	BA 40%				
	Кф 60			-70	
	H.П. 0,62 г/см <sup>3</sup> )		80	78	
	TOCC	1,5			
	досс	2,0	ļ		
	ДОФС	1,5			
	ПВ-200	0,1			
	нэ	1,5			

RU 2087496 C1

Продолжение таблицы

N⊵	Составы композиций, мас.ч.		Свойства композиций	
n/n			твердость	твердость после
			до старения	старения (1500 ч)
6.	Модифицированный полимер			
	(3BA 9%	100		
į	BA 65%			
j	Кф 68			
1	Н.П. 0,68 г/см <sup>3</sup> )			
- 1	TOCC	1,5	80	80
	досс	2,5	ļ	
	ДОФС	2,0		
- 1	"нэ	2,8	j	
	ПВ-200	0,2	]	
7.	Модифицированный полимер	٠,-		
	(3BA 1%	100		
	BA 20%	,,,,	•	
	Кф 54			
ĺ	Н.П. 0,58 г/см <sup>3</sup> )		82	81
1	TOCC	0,5 1	62	) "
- 1	досс			
- 1	••	1,5		
.	Парафин	0,05	i	
	∏B-200	0,05		
8.	Модифицированный полимер			
	(3BA 5%	100	1	
	BA 28%			
	Кф 60		1	
- 1	Н.П. 0,60 г/см <sup>3</sup> )			
	TOCC	1	80	80
	досс	2		
- 1	Парафин	0,5		1
	ПВ-200	0,5	1	
9.	Модифицированный полимер			
	(3BA 9%	100	ļ	
	BA 65%			
	Кф 68		•	
	Н.П. 0,68 г/см <sup>3</sup> )		1	
	TOCC	3	80	79
	досс	3		1
	Парафин	2,5		
1	ПВ-200	0.5	1	
10.	Модифицированный полимер	0,0		,
'"	(3BA 11%	100		
	BA 20%	100		
	Kd 54			
	кф 54 Н.П. 0,58 г/см <sup>3</sup> )			
	н.н. 0,58 г/см ) СтСа	1	81	00
	СтСа СтZn		01	80
	· ·	0,5		
	досс	0,5		
	нэ	0,05		
]	Стеарин	0,05		

RU 2087496 C1

Продолжение таблицы

Nº	Составы композиций, мас.ч.		Свойства композиций	
n/n			твердость до старения	твердость после старения (1500 ч)
11.	Модифицированный полимер			
	(3BA 4.8%	100		* •
i	BA 28%			
	Кф 60			
	H.П. 0,60 г/см³)			Ì
	СтСа	2,0	80	79
	СтZn	1,0		
	досс	2,0		
	нэ	1,0		
	Стеарин	0,5		
12	Модифицированный полимер			
	(ЭBA 9%	100		
	BA 65%			
	Кф <del>6</del> 8			
	Н.П. 0,68 г/см <sup>3</sup> )		79	78
	СтСа	2,5		
	CTZn	1,5	ļ	
	досс	2,0	Ì	
	нэ	2,5		
	Стеарин	0,5	,	
13	Модифицированный полимер			
	(ЭBA 1%	100		
	BA 20%			
	Кф 54			
1 1	Н.П. 0,58 г/см³)		80	80
	СтСа	1,5		
	CTZn	0,5		
	Стеарин	0,1		
14.	Модифицированный полимер			
	(ЭBA 5%	100		
	BA 28%			
	Кф 60			
	Н.П. 0,60 г/см <sup>3</sup> )		79	79
	СтСа	1,5		
	CtZn	1,5		
. 1	Стеарин	0,5		
15	Модифицированный полимер			
1	(ЭBA 9%	100	1	
	BA 65%			
	Кф 68		1	
	H.П. 0,68 г/см³)		79	78
	СтСа	4	,	
	СтZn	2		
	Стеарин	2,0		
16.	Модифицированный полимер			
	(3BA 5,5%	100	1	
	BA 32%			

RU 2087496 C1

œ

æ

98-177576/16

A14 E12 (A17 E32)

POLY= 94.04.14

POLYMERS CHEM TECHN RES INST

\*RU 2087496-C1

94.04.14 94RU-013204 (97.08.20) C08L 27/06, 51/06

Polymeric composition - comprises PVC modified with c polymer of ethylene and vinyl acetate, heat stabiliser and lubricant

C98-056983

Addnl. Data: POTEPALOVA S N, SAVELEV A P, ZAVODCHIKOVA

The polymeric composition contains (in pts.wt.) modified PVC 100; heat stabilizer 2-6; and lubricant 0.1-3.

The polymer is obtained by suspension polymerisation of vinyl chloride using free radical initiator in the presence of copolymer of ethylene and vinyl acetate containing 20-65 wt.% of vinyl acetate macromolecular chains, which gives modified PVC containing 1-9 wt.% of copolymer of ethylene with vinyl acetate.

The heat stabilizer contains e.g. mixtures of barium stearate, cadmium stearate and 2-basic lead phosphite, 3-basic lead sulphate, 2-

basic lead stearate, calcium stearate, zinc stearate, etc.

The lubricant is e.g. stearin, unsaturated ester of diethyleneglycol and 17-20 C synthetic fatty acids modified with 0.8-1.5 % of zinc salt of synthetic fatty acids, polyethylene wax, paraffin, or their mixtures.

A(4-E2B, 4-G7, 8-A4, 8-M3) E(5-B1, 5-L3C, 10-G2G2, 31-K7, 35-J)

<u>USE</u>

The compositions are used for production of profiled components obtained by extrusion, articles obtained by casting and pressure moulding, and for sheets made by calendering and pressing.

**ADVANTAGE** 

The compositions have increased hardness which is retained after ageing under atmospheric conditions.

**EMBODIMENT** 

The modified PVC is obtained in a reactor charged with aqueous phase containing methyloxy-propyl-cellulose, calcium hydroxide and copolymer of ethylene and vinyl acetate. The reactor is vacuumed for 20 minutes to a residual pressure of 40 mm Hg; initiator, vinyl chloride and molecular weight regulator are added. The reaction mixture is heated to 53-60 °C, and the process is continued to a pressure drop which corresponds to 80-90 % conversion; the process time is 6 hours.

RU 2087496-C+

The modified PVC is mixed with additives for 20-25 min at 110±5 °C, processed by rolling for 7 minutes at 170±5 °C to film which is pressed to sheets of thickness 4±0.1 mm at 175 °C and 150-200 kg/cm², in 7-5 minutes. The hardness of composition before ageing is 79-82 units, and after ageing (1500 hour) 78-81 units, compared with 73-75 units and 62-66 units for prior art material.(WD) (7pp2300DwgNo.0/0)	
(rpp25052 mg. (cl.st.o)	